

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公表

⑫ 公表特許公報(A)

昭62-503039

⑬ Int. Cl.⁴
C 09 B 61/00

識別記号

庁内整理番号
7537-4H

⑭ 公表 昭和62年(1987)12月3日
審査請求 未請求
予備審査請求 有

部門(区分) 3(3)

(全4頁)

⑮ 発明の名称 植物部分から染料を製造する方法

⑯ 特 願 昭61-503133
⑰ 出 願 昭61(1986)5月21日

⑱ 翻訳文提出日 昭62(1987)1月22日

⑲ 国際出願 PCT/EP86/00309

⑳ 国際公開番号 WO86/07080

㉑ 国際公開日 昭61(1986)12月4日

優先権主張 ㉒ 1985年5月29日 ㉓ 西ドイツ(DE) ㉔ P3519142.2

㉕ 発明者 エック・ゲルハルト

ドイツ連邦共和国、デー-6073 エーゲルス バツハ、カルル・ナールガング-ストラッセ、13

㉖ 出 願 人 ルンケル・ユルゲン

ドイツ連邦共和国、デー-6072 ドライアイヒーシュブレントリンゲン、ローゼンアウストラッセ、25

㉗ 代理人 弁理士 江崎 光好 外1名

㉘ 指定国 AT(広域特許), AU, BE(広域特許), BR, CF(広域特許), CG(広域特許), CH(広域特許), CM(広域特許), DE(広域特許), DK, FI, FR(広域特許), GA(広域特許), GB(広域特許), IT(広域特許), JP, LU(広域特許), ML(広域特許), MR(広域特許), NL(広域特許), NO, SE(広域特許), SN(広域特許), TD(広域特許), TG(広域特許), US

請求の範囲

える請求の範囲第1項記載の方法。

1. 次の処理工程：

- 植物部分を少なくとも30℃で乾燥する；
 - 乾燥された植物部分を粉末化する；
 - 粉末化された植物部分を水性溶液の形で7と異なるpH-値に調整すること
- ことを特徴とする、乾燥された植物部分から染料を製造する方法。

2. 植物部分が新鮮な状態で既知有する様なpH-値に植物部分を調整する請求の範囲第1項記載の方法。

3. 処理工程c)の後に結合剤を加える請求の範囲第1項記載の方法。

4. 有機液を加える請求の範囲第1項記載の方法。

5. クエン酸を加える請求の範囲第1項記載の方法。

6. 凝乳を加える請求の範囲第1項又は第3項記載の方法。

7. 塩基性物質を加える請求の範囲第1項記載の方法。

8. ナトリウムを加える請求の範囲第7項記載の方法。

9. 植物灰を加える請求の範囲第7項記載の方法。

10. 保存のために塩又はホウ砂を加える請求の範囲第1項ないし第9項のいずれかに記載した方法。

11. 粉末化され、乾燥された植物部分と乾燥形の酸又は苛性アルカリ溶液とを混合し、後に液体を加

明 細 書

植物部分から染料を製造する方法

本発明は乾燥された植物部分から染料を製造する方法に関する。

多数のこの様な方法が公知である。この方法に共通していることは特定の、これに特に適する染料植物、たとえばゲニスタ、タイセイ、セイヨウアカネ、インジゴ、レッドウッドのみを使用することである。

これらの植物は採取規則の厳守下で慎重に採取されねばならない。この場合導ら生きている及び健康な植物又はその部分を採取してよい。精々60℃の温度で行われる慎重な乾燥後、乾燥された植物部分を常法で煮沸し、浸出し、次いで染料を沈殿させ、乾燥する。ほとんどの場合、染料を乾燥後粉砕し、混合しなければならない。

公知の方法で得られた染料は——2, 3の例外としてたとえばセイヨウアカネ及びインジゴ——全く発光色を生じない。製造された染料は僅かに安定で、水性染料としてしか使用できない。

公知の方法に従つて製造された染料の使用範囲は特に染料が全く又はほんの僅かしか耐光性でないことによつて著しく制限される。この製造法は極めて煩雑で、時間がかかるので——このことはその都度の採取規則を厳守してすら生じる——、得られた染料は極めて高価である。したがつてこの方法は工業

かし植物部分が褐色にならない又はその他の方法で変色しないことのみ注意する。

たとえば植物部分が乾燥処理後、含有する植物性基本物質のゆえに光沢のない色を有していても、発色するかつ場合により濃い色が得られる。これは次の処理工程、すなわち粉末化された植物部分を酸性又は塩基性状態にすることによつて行われる。粉末化された植物部分を水性溶液の形でほぼ植物成分が新鮮な状態に保持されるpH-値に調整するのが好ましい。それによつて植物界に於て生じるすべての色を得ることができる。結合剤を添加するのが好ましい。それによつて特別に発光性色調が得られる。乾燥した、粉末化された植物部分に先ず酸又は苛性アルカリ溶液を乾燥形で加え、のちに初めて、場合により貯蔵後液体と混合する。

本発明の思想の有利な実施形態はその他の従属の請求範囲の対象である。

特別の植物又はその部分のみを注意深く採取せねばならない慣用方法と対照的に、本発明による方法に関しては専ら枯死した植物部分又は植物を採取するのが好ましい。これは植物が自然に落すものである。たとえば花卉、葉、果実、果実の皮等々である。したがつてたとえばセイヨウアブラナの花弁を黄色染料の収得のために、吸引装置を用いて集め、その後植物は受粉され、しおれる。それによつて植物を

的使用にほとんど適さない。

公知方法に従つて植物部分から得られた染料も極めて制限的にしか使用することができない。というのはこれは風雨にさらされる表面に不適當であり、これは夫々の地に付着しないからである。これは特に染料が塩基性に作用する材料と混和せず、それ故に石灰及びその他の下塗り材料と混和することができない。

したがつて本発明の課題は最初に挙げた種類の方法を生じることであり、この方法を用いることによつて簡単な方法で特定の染料植物に制限することなく植物部分から任意に、特にまた発光染料を製造することができる。この染料は任意のその他の染料と混和可能であり、耐光性であり、無制限に付着することができる。

この課題は本発明によれば次の方法で解消される。すなわちこれは処理工程：

- a) 植物部分を少なくとも30℃で乾燥する；
- b) 乾燥された植物部分を粉末化する；
- c) 粉末化された植物部分を水性溶液の形で7と異なるpH-値に調整することによつて特徴づけられる。

高い乾燥温度によつて植物部分中の染料は耐光性になる。この際処理の促進のために比較的になとえば360℃の高い温度を適用することができる。し

採取工程によつて損うことなく又はその発育又はその繁殖を妨害することなく繁殖することができる。

考慮される慎重な採取の特別な採取装置は不必要である。吸引機を使用することができる。これは採取物を砕き、プレスし、圧搾し又はその際変色が生じてさえもその他の方法で損傷を与える。したがつて多量の必要な採集物は効率的に採取することもできる。

採取時に又はその後生じる色の変化は^{げんざん}妨害されないので、乾燥工程を迅速に実施する必要はないあるいは——不可能な場合——いかなる保存処理も行ふ必要がない。

植物の乾燥——これは好ましくは70～80℃で、しかも高められた温度で行うことができる——は直接これに適する窯中で行うことができる。しかし先ず自然乾燥処理を実施し、次いで植物部分を後乾燥のために窯中に加えることも可能である。

乾燥後、植物部分をたとえば臼ミル、遠心分離ミル、打解回転ミル、摩砕機等々中で粉末化する。

次いで酸性又は塩基性物質を加える。これは乾燥時に光沢のない色を呈する植物部分が再び発光する色を保持することを配慮するためである。植物部分を再び新鮮な状態で、すなわち採取時に有する様なpH-値に調整するのが好ましい。

更に粉砕された植物部分にたとえばクエン酸、ク

特表昭62-503039 (3)

イ酸又はその他の有機酸を加える。次いで結合剤を加えるのが好ましい。その時得られた染料は植物部分が新鮮な状態で有する本来の発光色を示す。

選ばれる pH-値は特定の植物の種類又は部分に於て得られる染料に著しく影響を与える。したがつてたとえば乾燥されかつ粉末化されたニワトコの葉に苛性アルカリ粉末を加えることによつて青色染料を得ることができる。その代りにクエン酸又はその他の有機酸を加えた場合、赤色染料が得られる。得られた赤色又は青色色調は更に乾燥温度又は乾燥時間に依存する。すべての得られた色調は耐光性である。

塩基性材料としてたとえば植物灰、好ましくは白色植物灰を粉末化された植物部分と混合することもできる。

寄生菌発生(キノコ、コケ、昆虫等々)の以前に得られた染料を保護するために、たとえば塩又はホク砂を加えることができる。

結合剤として原則的にすべての天然の又は合成の結合剤を使用することができる。毒性のない結合剤を使用して毒性のない染料を得るのが有利である。

得られた染料の加工処理は簡単な方法で粉末化された染料を水と混合して行うことができる。液状の噴霧可能な染料が得られる。ペースト状のはけ塗り染料を得るために、増粘剤としてたとえば粉末化された木屑等々から得られるセルロースを加える。次

いで染料は水性塗料として又は対応する塩含有量に於て木に対する含浸剤として又はクリヤー塗料として使用することができる。

酸乳の添加によつて塗膜が得られる。この際結合剤は同時に pH-値を酸性域に変えるので、その他の酸性物質の添加は不必要である。希釈された形でこの染料をクリヤー染料として使用することもできる。これは内部用塗料及び外部用塗料として適当である。

オイル油又はその他の油を結合剤として使用して油性ペイントが得られる。

染料をたとえばチョーク粉末中に混入攪拌し、成形し、乾燥して無毒のチョーク色又はパステル色が得られる。染料を液状ロウ中に混入攪拌し、ロウ状筆記具(Wachsmalstifte)又は多彩のロウ状塑和物(Wachsknete)が得られる。

化粧品を彩色するために、染料を対応するクリーム中に混入し攪拌する。聚草を使用した場合、聚草に関する現行の採取-及び処理規則を考慮して治療的作用は染料中でも変らない。

石灰及びその他の下塗り材料をアルカリ性物質として添加することによつて染料は家庭用塗料として適する。というのはその他の植物染料と対照的に下塗り材料と混合して予期されない変色を生じないからである。

シリカゲル又はけいそう土を加えた場合、石及び

壁上で染料の付着能は特に良好である。

その他の植物染料と対照的にこの場合も予期されない変色を生じない。

ぼんやり曇つた、夫々の地に特に良好に付着する染料が結合剤としてセイヨウニワトコテルペンの使用によつて得られる。

本発明による方法によつて得られる染料はほとんど任意の材料と混合する又はそれ中に混入加工することができる。この際いかなる予期されない性質、たとえば多くの染色工業に於ける様な有害作用を生じない。植物基本物質の比較的多くの割合に於て、得られた染料塊を直ちに対象物に、たとえばタイル、絶縁ボード等々に加工することもできる。セルロース又は木粉末と混合して捏和物を得ることができ、ボディーから型どることができる。これは乾燥後機械的に取り扱うことができる。

植物原料から成る染料は発育-及び採取条件に基づき異なるとはいえ、種々の色調を夫々所望の方法で相互に混合することによつて一様な色調を得ることができる。この染料調製によつて一様な色調を有する染料を著しく連続的に製造することができる。

製造の2-3時間後にもう一度色調が顕微鏡下で行われるのが有利である。というのはこの時点で処理に結びつく反応すべて終了するからである。

乾燥した酸、たとえば塩酸、クエン酸又は乾燥し

た苛性アルカリ溶液、たとえばソーダ、苛性ソーダは市場で粉末形又は粒形で入手することができ、粉末化された植物成分と混合し、たとえば乾燥した形で保存することができる。染料を製造するために必要な液体を後から添加する場合、これに乾燥された酸又は乾燥苛性アルカリ溶液を溶解し、その際同時に対応する割合で希釈し、染料は激しくかつ強く又は発光する。これは次の利点を有する。すなわち必要な場合には染料製造に、毎回新しい酸又は苛性アルカリ溶液を計量することなく使用することができる加工処理された材料だけを使用する。

粉末化された植物部分を新鮮な状態の植物が有する pH-値に調整することができる。酸又は苛性アルカリ溶液の過剰の配置添加は有害ではない。^{色調}染料の濃度(明度、強度、光度)は常に同一の値にある。しかし酸又は苛性アルカリ溶液の最小量を添加しなければならぬ。この量はおよそ新鮮な状態の pH-値(酸に於て)に相当する又は同程度で、しかし塩基性方向で pH-値を変化させる。

^{色調}染料の濃度を変えるために2つの可能性がある:

- 酸又は苛性アルカリ溶液のこの最小値を下回り、その時染料はもはや強くかつ発光性でない。
- 乾燥温度を上昇させ、これは少なくとも70℃~80℃になければならない。
たとえば80℃~90℃の温度で乾燥し、

pH-値を変えた場合、染料は後にもつと強度にかつ発光性になる。この際添加される、配量された酸又は苛性アルカリ溶液は前述の通りである。酸及び苛性アルカリ溶液の過剰の配量添加はこの際^{色位}を~~色位~~を変化しない。最小量を下回るとは70℃～80℃の乾燥で最小量の維持下に於けると同様な光度及び強度を有する染料を生じる。

約90℃～100℃の温度で乾燥し、その綴褐色を生じないことに注意した場合、後にまばゆく発光する色が得られる。この色は暗闇で僅かな光を作用した場合市場で通常の「発光色」と同様又は全く同様に発光する。これは少なくとも必要である酸又は苛性アルカリ溶液の配量添加を下回ることによつても調製することができる。この効果は乾燥物を記載した温度で比較的長時間加熱した場合、得ることができる。温度を更に上げる（たとえば360℃）こともできる。この場合植物部分が褐色にならないことだけを注意しなければならない。

したがって最小光度を有する染料を得るためにどの温度で乾燥しても差しつかえない。比較的長時間70℃～80℃よりも高い温度にさらされた植物部分の場合、この最小光度は酸又は苛性アルカリ溶液の最小配量添加を下回ることによつて得られる。光度の増加をこの最小配量添加の供給又はその超過によつて得る。

植物部分を約90℃又はそれ以上の温度で乾燥し、この温度により長時間さらした場合、相互に^{色位}一致で一致する。すなわちこれから得られた粉末は非連続的又は連続的に常に同一染料を生じ、これはその時一つ一つに可視性の相異をもちや認めることができない。

国際調査報告

International Application No. PCT/EP 86/00309

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (in several classification systems only, indicate all)	
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC	
Int. Cl. ⁴ C 09 B 61/00	
II. FIELDS SEARCHED	
Minimum Documentation Searched	
Classification System	Classification Symbols
Int. Cl. ⁴	C 09 B: A 23' L
Documentation Searched other than Minimum Documentation	
to the extent that such Documents are included in the Fields Searched	
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category	Relevance to Claim No. 1
A	FR, A, 1233255 (A.T.O.M.) 12 October 1960, see the whole document
A	Chemical Abstract, vol. 81, No. 3, 22 July 1974, Columbus, Ohio (US) R. Jadruga: "Stability of anthocyanin pigment concentrates obtained from black current press cake", see page 222, abstract 12025x, & Pr. Inst. Lab. Badaw. Przem. Spozryw. 1973, 23 (2) 269-300 (Pol).
A	US, A, 1399014 (E. HART) 6 December 1921, see page 1, lines 68-74; page 2, lines 8-19
<p>* Special categories of cited documents: "</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"B" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"C" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"D" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"E" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"F" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"G" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"H" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"I" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"J" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"K" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"L" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"M" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"N" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"O" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"P" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"Q" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"R" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"S" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"T" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"U" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"V" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"W" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"X" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"Y" document which may have been cited in the International Search Report</p> <p>"Z" document which may have been cited in the International Search Report</p>	
IV. CERTIFICATION	
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of the International Search Report
25 August 1986 (25.08.86)	10 October 1986 (10.10.86)
International Searching Authority	Signature of a Member of the Authority
EUROPEAN PATENT OFFICE	

Form PCT/ISA (P/II) (second sheet) January 1985

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON

INTERNATIONAL APPLICATION NO. PCT/EP 86/00309 (SA 13369)

This Annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 16/09/86

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR-A- 1233255		None	
US-A- 1399014		None	

For more details about this annex :
see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82